

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/FR05/000224

International filing date: 02 February 2005 (02.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: FR  
Number: 0401749  
Filing date: 21 February 2004 (21.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 15 April 2005 (15.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 04 FEV. 2005

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Planche', enclosed within a large, stylized oval loop.

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

ETABLISSEMENT PUBLIC NATIONAL

CRÉE PAR LA LOI N° 51-444 DU 19 AVRIL 1951





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/3

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

REMISE DES PIÈCES DATE <b>21 février 2004</b> LIEU <b>INPI PARIS F</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>04 017 49</b> PAR L'INPI <b>21 FEV. 2004</b>		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b>  Cabinet @ ARGOS INNOVATION & ASSOCIES 102, rue Pierre Butin 95300 PONTOISE	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) GUERNALEC Prior.int.			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		<input type="checkbox"/>	N° <input type="text"/> Date <input type="text"/>
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b>  Procédé de nitruration pour implantation ionique d'une pièce métallique et dispositif de mise en oeuvre du procédé.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date <b>04 / 02 / 2004</b> N° <b>04011047</b> Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° <input type="text"/> Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° <input type="text"/> <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input checked="" type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		GUERNALEC	
Prénoms		Frédéric	
Forme juridique			
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	Launey	
	Code postal et ville	35340	LITRE
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			

reçue le 30/03/04



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/3

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE LIEU N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b>  Cabinet @ ARGOS INNOVATION & ASSOCIES 5bis avenue Gilles 94340 JOINVILLE LE PONT	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) GUERNALEC Prior.int.			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/>	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b>  Procédé de nitruration pour implantation ionique d'une pièce métallique et dispositif de mise en oeuvre du procédé.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date 04 / 02 / 2004 N° 04011047 Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input checked="" type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		GUERNALEC	
Prénoms		Frédéric	
Forme juridique			
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	Launey	
	Code postal et ville	35340	LITRE
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/3

REMISE DES PIÈCES DATE LIEU N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI <b>21 février 2004</b> <b>INPI PARIS F</b>	
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		04 01749	
<b>6 MANDATAIRE</b>			
Nom		VERDIER	
Prénom		Louis	
Cabinet ou Société		Cabinet @ ARGOS INNOVATION & ASSOCIES	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	102, rue Pierre Butin	
	Code postal et ville	95300	PONTOISE
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		01 30 30 25 25	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		01 30 73 08 07	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input checked="" type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Païement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention ( <i>joindre un avis de non-imposition</i> ) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt ( <i>joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence</i> ) :	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) VERDIER Louis CPI 92-1248		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

reçue le 30/03/04



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE LIEU N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI		DB 540 W / 260899	
<b>Vos références pour ce dossier :</b> (facultatif)					
<b>6 MANDATAIRE</b>					
Nom		VERDIER			
Prénom		Louis			
Cabinet ou Société		Cabinet @ ARGOS INNOVATION & ASSOCIES			
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel					
Adresse	Rue	5bis, avenue Gilles			
	Code postal et ville	94340	JOINVILLE LE PONT		
N° de téléphone (facultatif)		01 42 83 02 58 01 42 83 11 69			
N° de télécopie (facultatif)		01 42 83 08 54			
Adresse électronique (facultatif)					
<b>7 INVENTEUR (S)</b>					
Les inventeurs sont les demandeurs		<input checked="" type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée			
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)			
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>			
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non			
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):			
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes					
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) VERDIER Louis CPI 92-1248				<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Page suite N° 3../3..

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

21 février 2004

LIEU

INPI PARIS F

N° D'ENREGISTREMENT

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

04 01749

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 829 W / 260899

## Vos références pour ce dossier (facultatif)

## 4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date / / N°

Pays ou organisation

Date / / N°

Pays ou organisation

Date / / N°

## 5 DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale

BUSARDO

Prénoms

Denis

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Adresse

Rue

Chemin du Four

Code postal et ville

14510

GONNEVILLE / MER

Pays

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

## 5 DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale

Prénoms

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Adresse

Rue

Code postal et ville

Pays

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

## 10 SIGNATURE DU DEMANDEUR

OU DU MANDATAIRE

(Nom et qualité du signataire)

VERDIER Louis CPI N° 92-1248

VISA DE LA PRÉFECTURE  
OU DE L'INPI





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Page suite N° 3../3..

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

LIEU

N° D'ENREGISTREMENT

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 829 VI / 260899

## Vos références pour ce dossier (facultatif)

## 4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date / /

N°

Pays ou organisation

Date / /

N°

Pays ou organisation

Date / /

N°

## 5 DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale

BUSARDO

Prénoms

Denis

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Adresse

Rue

Chemin du Four

Code postal et ville

14510

GONNEVILLE / MER

Pays

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

## 5 DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale

Prénoms

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Adresse

Rue

Code postal et ville

Pays

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

10 SIGNATURE DU DEMANDEUR  
OU DU MANDATAIRE

(Nom et qualité du signataire)

VERDIER Louis CPI N° 92-1248

VISA DE LA PRÉFECTURE  
OU DE L'INPI

Procédé de nitruration par implantation ionique d'une pièce métallique  
et dispositif de mise en œuvre du procédé

*Domaine de l'invention*

5 L'invention concerne un procédé de nitruration d'une pièce métallique par implantation ionique de cette pièce. Ce procédé consiste à implanter des atomes d'azote dans la structure cristalline d'une pièce métallique, grâce à un faisceau d'ions émis à partir d'une source d'ions. L'invention concerne également un dispositif de mise en œuvre de ce procédé.

10 L'invention trouve des applications dans les domaines techniques où l'on cherche à réaliser un traitement de surface d'une pièce métallique, en particulier dans le domaine de la plasturgie, pour la réalisation de moules métalliques servant à la fabrication en série de pièces en matière plastique moulées.

15

*Etat de la technique*

Dans le domaine de la plasturgie, la plupart des pièces en matière plastique sont réalisées par moulage dans des moules métalliques. Actuellement, la plupart de ces moules sont en acier. En effet, l'acier est un  
20 matériau solide ayant une bonne tenue mécanique dans le temps. Chaque moule en acier permet ainsi de réaliser un nombre important de pièces en matière plastique de l'ordre de 500000 à 1000000 d'unités. Le nombre de pièces en matière plastique par moule en acier est de l'ordre de 500000 à 1 million. Cependant, l'acier est un matériau difficile à traiter qui, par  
25 conséquent, ne permet pas une mise rapide de la production sur le marché. Il ne permet pas non plus une grande flexibilité de forme, alors que la tendance actuelle est de changer fréquemment la forme des pièces en plastique et, donc, la forme des moules d'injection. Pour ces raisons, le coût en usinage et en temps d'un moule en acier est relativement élevé.

30

On cherche donc de plus en plus dans le domaine de la plasturgie à réaliser des moules d'injections dans un autre métal que l'acier. Les alliages d'aluminium constituent l'un de ces métaux. En effet, l'alliage d'aluminium présente l'avantage d'avoir une excellente usinabilité, c'est-à-dire de permettre un usinage à grande vitesse. L'alliage d'aluminium présente aussi  
35 une forte capacité d'échange thermique, ce qui entraîne un refroidissement

plus rapide de la pièce en matière plastique, ainsi qu'une grande légèreté, donc une manipulation plus aisée. L'alliage d'aluminium présente, à volume égal, un coût sensiblement comparable à celui de l'acier. Cependant, les moules en alliage d'aluminium ont une tenue mécanique limitée dans le temps, d'où une capacité de production peu élevée par rapport à celle de l'acier. Le nombre de pièces en matière plastique réalisées par moule en alliage d'aluminium est de l'ordre 1000 unités. En outre, sur les moules en alliage d'aluminium, les phénomènes d'érosion de la surface moulante, de matage du plan de joint ou de corrosion apparaissent plus rapidement que sur les moules en acier.

Les fabricants de moules à injection en alliage d'aluminium cherchent à résoudre ce problème en améliorant la tenue mécanique superficielle de ces moules. Pour cela, ils cherchent à augmenter la résistance à l'usure en accroissant la dureté superficielle et la lubrification (diminution du coefficient de friction) et en renforçant la résistance à la corrosion, essentiellement due aux attaques chlorées.

Différents procédés chimiques sont connus pour améliorer la tenue mécanique des moules en aluminium.

L'un de ces procédés consiste en une anodisation du moule en aluminium. L'anodisation est un procédé électrolytique permettant d'épaissir la couche naturelle d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 20 microns. Cette couche d'alumine est dure mais très cassante (une ténacité sensiblement identique à celle du verre), a un coefficient de dilatation thermique élevé et présente une sensibilité aux attaques chlorées, d'où une grande fragilité au regard de la fatigue thermique et de la corrosion.

Un autre procédé est le chromage dur. Ce procédé est un traitement électrolytique des moules en aluminium qui permet de les durcir. Cependant, ce procédé pose des problèmes d'homogénéité d'épaisseur sur les arêtes des moules. De plus il nécessite une préparation de surface dite de dérochage (création de micro rugosités d'accroche de 7 à 8 microns) dont la qualité dépend du savoir-faire du sous-traitant, d'où une mauvaise réputation auprès des moulistes.

Un autre procédé est le nickelage. Ce procédé consiste en un dépôt uniforme d'une couche de nickel imprégnée de téflon pour lubrifier la surface. Cependant, l'imprégnation du nickel par le téflon exige le maintien du moule

pendant plusieurs heures à une température de 250 °C, fatal aux propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Sans téflon, donc sans lubrification, la couche de nickel présente à son tour des risques de délaminage.

Un autre procédé est le dépôt en phase vapeur de nitrure de chrome.

- 5 Ce procédé pose un problème en ce qui concerne l'adhérence de la couche de nitrure de chrome, qui est de mauvaise qualité du fait de la faiblesse de la température d'application autorisée ( au-delà de laquelle les propriétés mécaniques du substrat sont détruites ).

- 10 Il existe, par ailleurs, un autre problème lié au type de matériaux à traiter, à savoir les alliages d'aluminium. En effet, les alliages d'aluminium contiennent des précipités durcissant obtenus par des revenus thermiques compris entre 120 et 150°C. Aussi, est-il impossible d'utiliser les alliages d'aluminium à des températures supérieures à 120 °C, que ce soit lors d'un traitement ou d'une exploitation industrielle.

- 15 Un autre procédé connu est la nitruration thermique. Celui-ci consiste à cémenter par de l'azote une pièce métallique pour obtenir une grande dureté superficielle. Généralement, cette nitruration est réalisée thermiquement, c'est-à-dire que la pièce métallique à traiter est chauffée à une température supérieure à 500°C dans un courant de gaz ammoniac. A  
20 cette température, le gaz ammoniac se dissout et se diffuse en formant des nitrures. Cependant, conformément à ce qui a été dit précédemment, ce procédé est inapplicable aux alliages d'aluminium, toujours pour des raisons de température.

## 25 *Exposé de l'invention*

- L'invention a justement pour but de remédier aux inconvénients des techniques exposées précédemment. A cette fin, l'invention propose de réaliser la nitruration d'une pièce métallique à basse température, en particulier un moule en alliage d'aluminium, par implantation ionique. Cette  
30 nitruration par implantation ionique consiste à implanter des ions d'azote, émis par une source d'ions, dans la structure cristalline de la pièce métallique. Un faisceau d'ions d'azote émis par une source d'ions permet de traiter sélectivement la surface d'une pièce, uniquement sur des zones choisies, de réduire ainsi la durée du traitement et de supprimer tout risque

d'échauffement ( lié à l'énergie d'implantation ) au-delà d'une température maximale de 120°C .

De façon plus précise, l'invention concerne un procédé de traitement par nitruration d'une pièce métallique, caractérisé par le fait qu'il consiste à soumettre au moins une zone de la pièce métallique à un faisceau d'ions d'azote émis par une source d'ions.

Ce procédé basse température est avantageusement employé pour une pièce en alliage d'aluminium.

Le procédé de l'invention peut également comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- le faisceau d'ions d'azote se déplace de façon relative par rapport à la pièce métallique, à une vitesse constante ou variable tenant compte de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la surface.
- le faisceau d'ions d'azote est émis avec un débit et une énergie d'émission constants.
- le faisceau d'ions d'azote a une énergie d'implantation dans la pièce métallique, modulée en fonction de la distance entre la source d'ions et la pièce métallique.
- le faisceau d'ions d'azote est émis avec un débit et une énergie d'émission variables, commandés par la source d'ions.
- les ions d'azote sont implantés dans la pièce métallique à une profondeur variable, en fonction de l'énergie d'implantation du faisceau d'ions.

L'invention concerne également un dispositif de nitruration d'une pièce métallique qui met en œuvre le procédé de l'invention. Ce dispositif se caractérise par le fait qu'il comporte :

- une source d'ions
- des moyens de réglage du faisceau d'ions, et
- des moyens de commande du déplacement relatif entre le faisceau d'ions et la pièce métallique.

Ce dispositif peut comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- La source d'ions est une source à résonance cyclotronique électronique.
- La source d'ions est un cyclotron.

- Les moyens de réglage comportent des moyens optiques de focalisation et un profileur.
- Les moyens de réglage comportent un spectromètre de masse.

#### 5 *Brève description des dessins*

La figure 1 représente deux exemples d'une même pièce métallique traitée par nitruration ionique avec des énergies d'implantation différentes.

La figure 2 représente un diagramme fonctionnel du dispositif de l'invention.

10 La figure 3 représente des exemples de distribution d'implantation, dans une pièce en aluminium, par une source RCE distribuant des ions  $N^+$ ,  $N2^+$  et  $N3^+$ .

#### *Description détaillée de modes de réalisation de l'invention*

15 Le procédé de l'invention propose de réaliser la nitruration d'une pièce métallique, en particulier une pièce en aluminium, en utilisant des ions d'azote émis par une source d'ions sous la forme d'un faisceau d'ions. Ce procédé permet de traiter la pièce en aluminium localement afin de renforcer ses caractéristiques de dureté, de lubrification et de résistance à la corrosion.  
20 Ce traitement est réalisé par implantation d'ions d'azote dans la structure cristalline de la pièce métallique.

Les ions d'azote sont produits par une source d'ions. Cette source d'ions permet d'ioniser des atomes avant de les accélérer. On obtient ainsi, à la sortie de la source, un type d'ions, par exemple  $O6^+$  qui est un atome  
25 d'oxygène auquel on a arraché 6 électrons. On peut également obtenir des ions d'azote  $N^+$ ,  $N2^+$  ou  $N3^+$ . Les ions ainsi produits peuvent être accélérés par un champ électrique.

La source d'ions, dans l'invention, peut être un accélérateur, en particulier un cyclotron, ou bien une source à résonance cyclotronique  
30 électronique, dite source RCE. Les ions produits par une source d'ions RCE ont une charge élevée et, de ce fait, une plus grande énergie pour une même tension d'accélération.

Une source d'ions RCE est constituée de deux éléments principaux :

35 - un champ magnétique qui confine les ions dans un volume délimité (situé à l'intérieur de la source) et

- une onde haute fréquence injectée à l'intérieur de la source et destinée à chauffer les électrons qui peuvent alors être ionisés.

L'intérieur de la source comporte un plasma chaud, constitué d'un mélange d'ions et d'électrons confinés magnétiquement. Les ions peuvent  
5 être extraits de la source par un orifice pour être ensuite accélérés.

Pour la production d'ions gazeux (d'oxygène, d'azote, de néon etc.), le gaz choisi est introduit dans la source en une quantité suffisante pour atteindre l'intensité du faisceau d'ions demandée.

Le procédé de l'invention propose donc d'utiliser des ions d'azote  
10 produits de la façon expliquée précédemment et de les implanter dans des interstices de la structure cristalline de la pièce métallique. L'implantation de ces ions d'azote peut se faire à des profondeurs variables, en fonction des besoins et de la forme de la pièce. Cette profondeur dépend de l'énergie d'implantation du faisceau d'ions ; elle peut varier de 0 à environ 3  $\mu\text{m}$ .

15 Cette implantation d'ions d'azote permet d'augmenter les caractéristiques de dureté de l'aluminium. Par exemple, pour 10% d'ions implantés, la dureté de la pièce est augmentée localement d'un rapport de 200%. Dans le cas de l'aluminium, une dureté augmentée de 200% correspond approximativement à une dureté intermédiaire entre celle du  
20 titane et celle de l'acier. Pour 20% d'ions d'azote implantés dans la pièce, la dureté de la pièce augmente d'un rapport de 300%. Dans le cas de l'aluminium, une dureté augmentée de 300% correspond à une dureté égale voire supérieure à celle de l'acier.

Dans une application à des moules d'injection en alliage d'aluminium,  
25 le procédé de l'invention permet d'obtenir des moules ayant une dureté superficielle proche de celle de l'acier, tout en conservant les propriétés mécaniques massives de l'alliage d'aluminium. Le procédé de l'invention permet aussi d'améliorer la caractéristique d'anti-corrosion de ces moules en alliage d'aluminium. Ainsi, la capacité de production d'un moule en alliage  
30 d'aluminium, traité avec le procédé de nitruration par implantation ionique de l'invention, est très largement augmentée par rapport à un moule en alliage d'aluminium classique.

Selon le procédé de l'invention, une pièce métallique peut être traitée localement c'est-à-dire zone par zone. Ainsi, plusieurs zones d'une même  
35 pièce métallique peuvent d'être traitées de façon à obtenir des duretés



identiques ou différentes. Le choix des zones à traiter et la durée du traitement à leur apporter sont fonction de leur spécificité fonctionnelle ( par exemple la zone du contour intérieur du plan de joint du moule, la zone de la surface moulante ).

5            Pour pouvoir traiter la pièce métallique zone par zone, un déplacement relatif entre la source d'ions et la pièce métallique est mise en œuvre. Dans un mode de réalisation de l'invention, c'est la pièce à traiter qui est déplacée par rapport à la source d'ions. Dans un autre mode de réalisation, c'est la source d'ions qui est déplacée par rapport à la pièce à  
10            traiter ; ce dernier mode de réalisation peut être mis en œuvre lorsque la pièce à traiter est très volumineuse.

            Que ce soit la pièce à traiter ou la source d'ions qui est déplacée, la vitesse de déplacement relative entre ces deux éléments peut être constante ou variable en fonction de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la  
15            surface, au moins pendant la durée de traitement de la zone de la pièce. La gestion de la vitesse peut être différente pour chaque zone à traiter de la pièce. La vitesse dépend du débit du faisceau, du profil de concentration des ions implantés et du nombre de passes que l'on désire exécuter. La vitesse peut varier en fonction de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la  
20            surface, pour compenser la faiblesse de la profondeur d'implantation par une augmentation du nombre d'ions implantés.

            Comme expliqué précédemment, le procédé de l'invention permet d'agir sur la profondeur de pénétration des ions dans la pièce. Cette profondeur de pénétration varie en fonction de l'énergie d'implantation du  
25            faisceau d'ions, c'est-à-dire l'énergie d'entrée des ions au niveau de la surface de la pièce. Pour une implantation à l'air libre, cette énergie dépend de deux variables : l'énergie d'émission de la source et la distance entre la source d'ions et la pièce. En effet, l'épaisseur d'air entre la pièce et la source d'ions joue un rôle de ralentisseur d'énergie des ions incidents. C'est  
30            pourquoi pour une même énergie d'émission, plus la distance entre la source d'ions et la pièce à traiter est grande, plus l'énergie d'implantation est faible, donc moins l'implantation est profonde.

            Plus précisément, en tenant compte du fait que l'énergie d'émission du faisceau d'ions est constante pour un traitement donné, c'est-à-dire pour



une zone à traiter, l'énergie d'implantation peut varier d'un traitement à l'autre de la façon suivante :

5 - soit la source d'ions délivre des ions avec une énergie d'émission variable ; dans ce cas, la source d'ions est asservie de manière à faire varier l'énergie des ions incidents à chaque traitement. C'est le cas pour un traitement sous vide.

- soit la source d'ions délivre des ions avec une énergie d'émission constante ; dans ce cas, l'énergie d'implantation varie en modulant la distance entre la source d'ions et la pièce à traiter.

10 Sur la figure 1, on a représenté deux exemples de traitement par nitruration ionique d'une même pièce métallique. Dans ces exemples, on appelle première passe P1, le premier exemple de traitement et seconde passe P2, le second exemple de traitement.

15 Dans le premier exemple, la pièce métallique 5 subit une première passe du faisceau d'ions, dans une première zone z1 de la pièce 5. Lors de la première passe P1, le faisceau d'ions f1 est déplacé relativement à la pièce 5 selon une vitesse V1, parallèle à la surface de la pièce 5. Ce faisceau d'ions incidents f1 est perpendiculaire à la surface de la pièce 5. Il est émis par une source d'ions située à une hauteur H1 (ou plus  
20 généralement distance H) de la surface de la pièce 5. Son énergie d'implantation des ions a une valeur E1, dépendante de l'énergie d'émission de la source et de la hauteur H1.

Dans le second exemple, la pièce métallique 5 subit une seconde passe P2 du faisceau d'ions, dans une seconde zone z2 de la pièce 5. Lors  
25 de la seconde passe P2, le faisceau d'ions f2 est déplacé relativement à la pièce 5 selon une vitesse V2, parallèle à la surface de la pièce 5. Ce faisceau d'ions incidents f2 est perpendiculaire à la surface de la pièce 5. Il est émis par une source d'ions située à une hauteur H2 de la surface de la pièce 5. Son énergie d'implantation des ions a une valeur E2, dépendante de  
30 l'énergie d'émission de la source et de la hauteur H2.

Dans ces exemples, le sens de la vitesse V2 du faisceau d'ions f2 est inverse à celui de la vitesse V1. La hauteur H2 entre la pièce 5 et la source d'ions est supérieure à la hauteur H1 du faisceau f1. Pour une énergie  
35 d'émission de la source d'ions identique dans les deux exemples, le faisceau f2 a donc une énergie d'implantation E2 plus faible que l'énergie E1 du

faisceau f1. La profondeur d'implantation (prof2) des ions dans l'exemple P2 est donc plus faible que dans l'exemple P1 (prof1). Les zones d'implantation du faisceau f1 sur la pièce 5 sont représentées, sur la figure 1, par une succession d'ovales quadrillés. Les zones d'implantation du faisceau f2 sur la pièce 5 sont représentées, sur la figure 1, par une succession d'ovales hachurés.

Dans les exemples de la figure 1, les passes P1 et P2 se superposent pour permettre la fusion cote à cote des zones implantées. Plus généralement, plusieurs passes peuvent être réalisées, soit avec une même énergie d'implantation, pour accroître proportionnellement à leur nombre, la concentration des ions dans une même zone d'implantation, soit avec des énergies différentes pour permettre la fusion de zones d'implantation situées à des profondeurs différentes.

L'implantation de ces ions d'azote dans la structure cristalline de la pièce 5 a pour effet de bloquer les plans de glissement des dislocations et ainsi de gêner leur mobilité. En d'autres termes, le fait d'implanter des ions d'azote dans les interstices de la structure cristalline de la pièce 5 permet de bloquer les différents cristaux entre eux et d'augmenter ainsi la dureté de la structure. Sous l'effet des contraintes appliquées à la pièce métallique, les déformations, qui sont par nature irréversibles, sont rendues plus difficiles par la présence des ions d'azote insérés dans la structure. Le matériau devient alors très résistant à l'usure.

Par ailleurs, dans l'application aux moules d'injection en alliage d'aluminium, l'azote présent dans l'aluminium a pour effet, puisque c'est une base, de diminuer l'acidité existante dans les piqûres initiées par les ions chlorures provenant des plastiques moulés. Ainsi, la corrosion associée à la propagation des piqûres est fortement diminuée par le procédé de l'invention.

Le procédé de l'invention qui vient d'être décrit peut être mis en œuvre par un dispositif dont un exemple est représenté sur la figure 2. Ce dispositif est placé dans une enceinte 3 mise sous vide grâce à une pompe à vide 2. Ce vide a pour but d'empêcher l'interception du faisceau par des gaz résiduels et d'éviter la contamination de la surface de la pièce par ces mêmes gaz lors de l'implantation.

Ce dispositif comporte une source d'ions, par exemple, une source RCE 6. Cette source RCE peut délivrer des ions d'azote pour un courant

total d'environ 10 mA (toutes charges confondues N<sup>+</sup>, N<sup>2+</sup>, etc.), sous une tension d'extraction d'environ 35 KV.

5 Ce dispositif comporte des moyens pour commander le déplacement relatif entre le faisceau d'ions et la pièce à traiter. Le déplacement relatif entre le faisceau d'ions et la pièce à traiter peut être obtenu en pilotant la pièce à traiter ou la source d'ions par une machine ( par exemple une table, un tour... ) qui peut être à commande numérique.

10 Comme on l'a dit précédemment, on peut choisir de déplacer la pièce à traiter ou bien la source d'ions, selon les applications envisagées. Dans le mode de réalisation de la figure 2, c'est la pièce à traiter qui est déplacée par rapport à la source RCE. La pièce à traiter 5 est placée sur une machine à commande numérique 4. Les déplacements de la machine 4 sont calculés selon un ou plusieurs axes par un système de CFAO (conception et fabrication assistées par ordinateur) 1. Le résultat de ce calcul se présente

15 sous la forme d'un post-processeur compréhensible par la machine 4.

Le déplacement de la pièce 5 prend en compte:

- les contours externes et internes des zones à traiter.
- une vitesse de déplacement effective constante ou variable en fonction de l'angle du faisceau par rapport à la surface.
- 20 - un nombre de passes pour chaque énergie d'implantation.

La source RCE 6 émet un faisceau d'ions d'azote f1' en direction de moyens de réglage du faisceau. Ces moyens de réglage du faisceau assurent la focalisation et le réglage du faisceau initial f1' émis par la source en un faisceau d'implantation des ions f1.

25 Ces moyens de réglage comportent, de la source RCE 6 vers la pièce à traiter 5, les éléments suivants :

- un spectromètre de masse 7 apte à filtrer les ions en fonction de leur charge et de leur masse. Cet élément est facultatif ; en effet, dans le cas de la nitruration, il est possible de récupérer tous les ions d'azote monochargés et multichargés produits par la source.
- 30 - des lentilles 8 dont le rôle est de donner au faisceau d'ions une forme choisie, par exemple cylindrique, avec un rayon choisi.

- un profileur 9 dont le rôle est d'analyser l'intensité du faisceau dans un plan de coupe perpendiculaire. Cet instrument d'analyse devient facultatif

dès lors que les lentilles 8 sont réglées définitivement lors de la première implantation.

5 - un transformateur d'intensité 10 qui mesure en continu l'intensité du faisceau sans l'intercepter. Cet instrument a pour fonction essentielle de détecter toute interruption du faisceau d'ions et de permettre l'enregistrement des variations d'intensité du faisceau durant le traitement. Cet instrument de peut être remplacé par un appareil de mesure des courants électriques produits par l'implantation des ions dans la pièce à traiter.

10 - un obturateur 11 dont le rôle est d'interrompre la trajectoire des ions à certains moments, par exemple lors d'un déplacement sans traitement de la pièce.

Des informations de contrôle (inf1) sont transmises de la source RCE 6 vers la machine à commande numérique 4. Ces informations de contrôle concernent l'état du faisceau. En particulier, la source RCE informe la 15 machine 4 lorsque le faisceau d'ions est prêt à être envoyé. D'autres informations de contrôle (inf2) sont transmises par la machine 4 à l'obturateur 11, à la source RCE 6 et, éventuellement, à une ou plusieurs machines extérieures au dispositif. Ces informations de contrôle peuvent être les valeurs du rayon du faisceau d'ions, son débit et toutes autres valeurs 20 connues de la machine 4.

Le fonctionnement du dispositif de l'invention est le suivant :

- on place la pièce à traiter 5 sur la machine à commande numérique 4,
- on ferme l'enceinte 3 abritant le dispositif.
- 25 - on met en marche la pompe à vide 2 de manière à obtenir un vide poussé dans l'enceinte 3.
- dès que les conditions de vide sont atteintes, on procède à la production et au réglage du faisceau d'ions grâce aux moyens de réglage 7 à 11.
- 30 - lorsque le faisceau est réglé, on lève l'obturateur 11 et on lance la machine à commande numérique 4 qui exécute alors le déplacement en position et en vitesse de la pièce 5 devant le faisceau en une ou plusieurs passes.
- lorsque le nombre de passes requis est atteint, on baisse 35 l'obturateur 11 pour couper le faisceau, on arrête la production du

faisceau, on casse le vide en ouvrant l'enceinte à l'air ambiant et on récupère la pièce mécanique traitée.

La figure 3 représente un exemple de distribution d'ions d'azote N implantés dans une pièce d'aluminium. Dans cet exemple, la source d'ions délivre des ions  $N^+$ ,  $N^{2+}$  et  $N^{3+}$  qui sont tous extraits avec une seule et unique tension d'extraction, par exemple, de 35 KV. Ainsi les ions  $N^+$  émis par la source d'ions ont une énergie de 35 KeV, les ions  $N^{2+}$  ont une énergie de 70 KeV et les ions  $N^{3+}$  ont une énergie de 105 KeV.

Compte tenu d'une dispersion d'implantation de 75% pour des ions d'azote dans de l'aluminium, les ions  $N^+$  atteignent une profondeur de  $0,3 \mu m \pm 0,22 \mu m$ . Les ions  $N^{2+}$  atteignent une profondeur d'environ  $0,6 \mu m \pm 0,44 \mu m$  et les ions  $N^{3+}$  une profondeur d'environ  $0,9 \mu m \pm 0,66 \mu m$ . La distance maximale atteinte par des ions dans cet exemple est de  $1,56 \mu m$ .

La spécificité d'une source d'ions RCE qui délivre des ions mono et multi chargés permet d'implanter des ions de plusieurs énergies avec une seule tension d'extraction, ce qui permet d'obtenir un profil d'implantation plus ou moins lissé. Par exemple, si l'on considère une source RCE délivrant un courant total de 10 mA, pour une pièce d'aluminium dont la zone traitée est de  $1 \text{ cm}^2$ , pendant environ 10 secs, le profil d'implantation est approximativement le suivant :

- 23% de N entre 0.08 et  $0,05 \mu m$ , ce qui correspond à une augmentation de la dureté de 300%
- 8% de N entre 0.5 et  $1 \mu m$ , ce qui correspond à une augmentation de dureté de 200%, et
- 2% de N entre 1 et  $1,5 \mu m$ , ce qui correspond à une augmentation de dureté de 35%.

## REVENDICATIONS

1 – Procédé de traitement par nitruration d'une pièce métallique (5),  
caractérisé en ce qu'il consiste à soumettre au moins une zone de la pièce  
5 métallique (5) à un faisceau d'ions d'azote émis par une source d'ions (6).

2 – Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce  
que la pièce métallique est une pièce en alliage d'aluminium.

3 – Procédé de traitement selon la revendication 1 ou 2, caractérisé  
en ce que le faisceau d'ions d'azote se déplace de façon relative par rapport  
10 à la pièce métallique, à une vitesse constante ou à une vitesse variable  
tenant compte d'un angle d'incidence du faisceau d'ions par rapport à une  
surface de la pièce métallique.

4 – Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications  
1 à 3, caractérisé en ce que le faisceau d'ions d'azote est émis avec un débit  
15 et une énergie d'émission constants.

5 – Procédé de traitement selon la revendication 4, caractérisé en ce  
que le faisceau d'ions d'azote a une énergie d'implantation dans la pièce  
métallique modulée en fonction de la distance entre la source d'ions et la  
pièce métallique.

6 – Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1  
à 3, caractérisé en ce que le faisceau d'ions d'azote est émis avec un débit  
et une énergie d'émission variables, commandés par la source d'ions.

7 – Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1  
à 6, caractérisé en ce que les ions d'azote sont implantés dans la pièce  
25 métallique à une profondeur variable, cette profondeur étant fonction de  
l'énergie d'implantation du faisceau d'ions.

8 – Dispositif de nitruration d'une pièce métallique mettant en œuvre le  
procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce  
qu'il comporte :

30 - une source d'ions (6),  
- des moyens de réglage (7 – 11) du faisceau d'ions, et  
- des moyens de commande (1, 4) du déplacement relatif entre le  
faisceau d'ions et la pièce métallique.

9 – Dispositif de nitruration selon la revendication 8, caractérisé en ce  
35 que la source d'ions est un cyclotron.

10 - Dispositif de nitruration selon la revendication 8, caractérisé en ce que la source d'ions est une source RCE, ledit dispositif étant placé dans une enceinte sous vide.

5 11 - Dispositif de nitruration selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que les moyens de réglage comportent des moyens optiques de focalisation (8) et un obturateur (11).

10 12 - Dispositif de nitruration selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que les moyens de réglage comportent un spectromètre de masse (7) et/ou un profileur (9) et/ou un transformateur d'intensité (10).

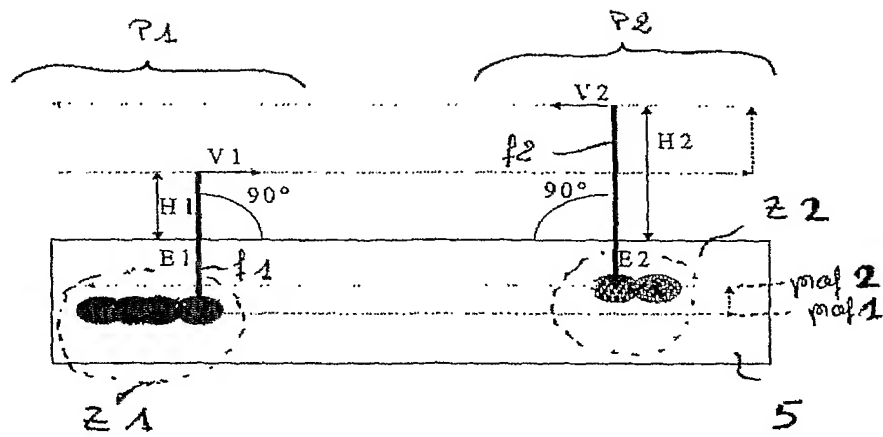


Fig 1

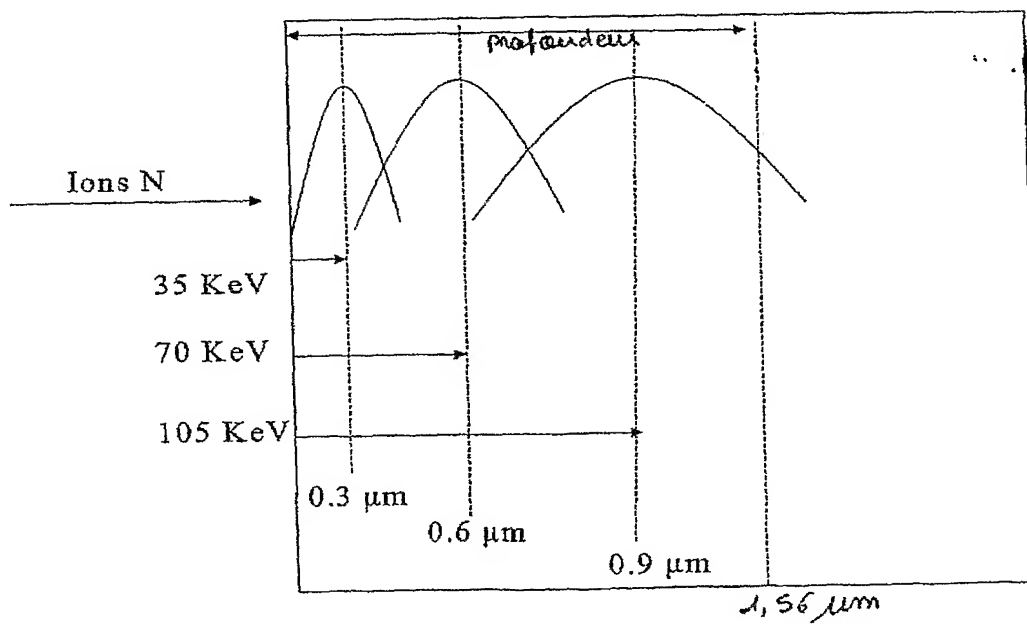


Fig 3



1/2

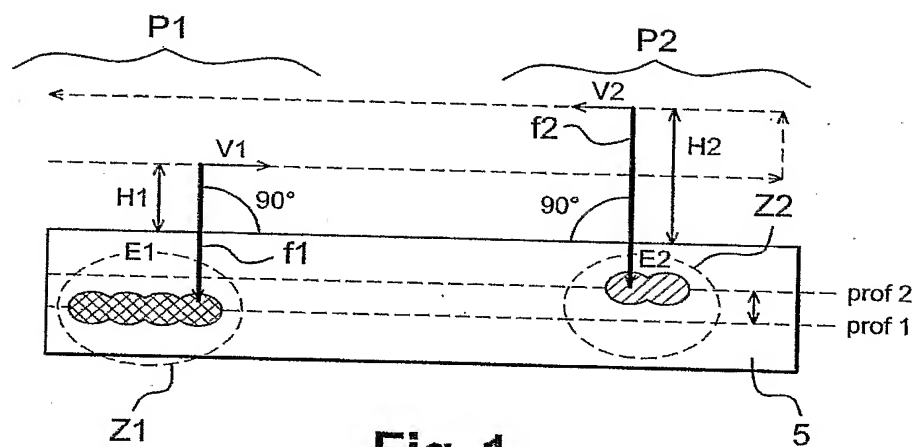


Fig. 1

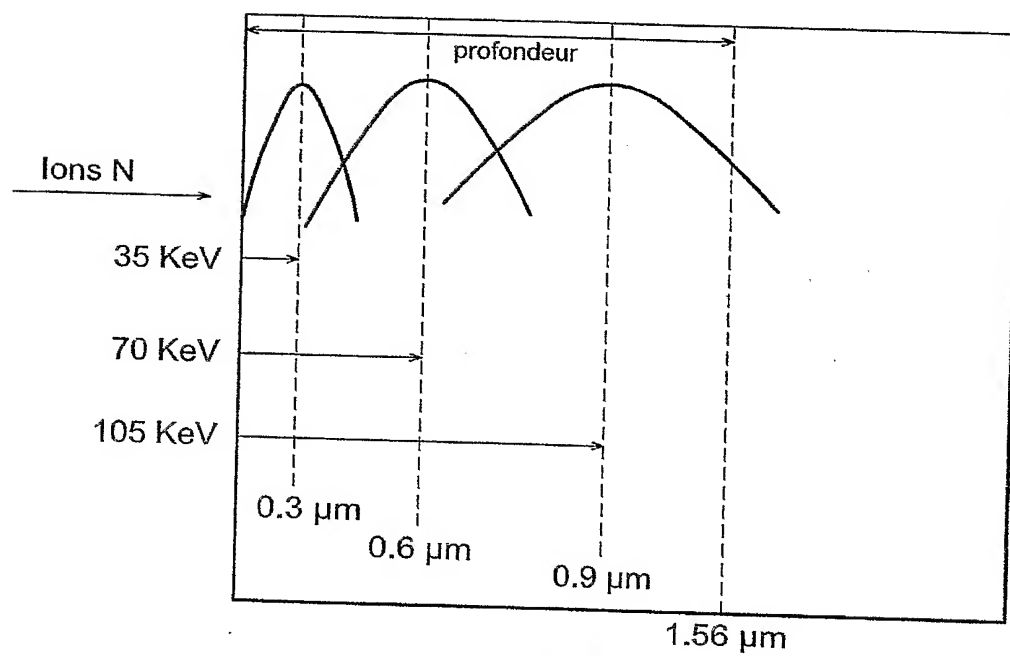


Fig. 3

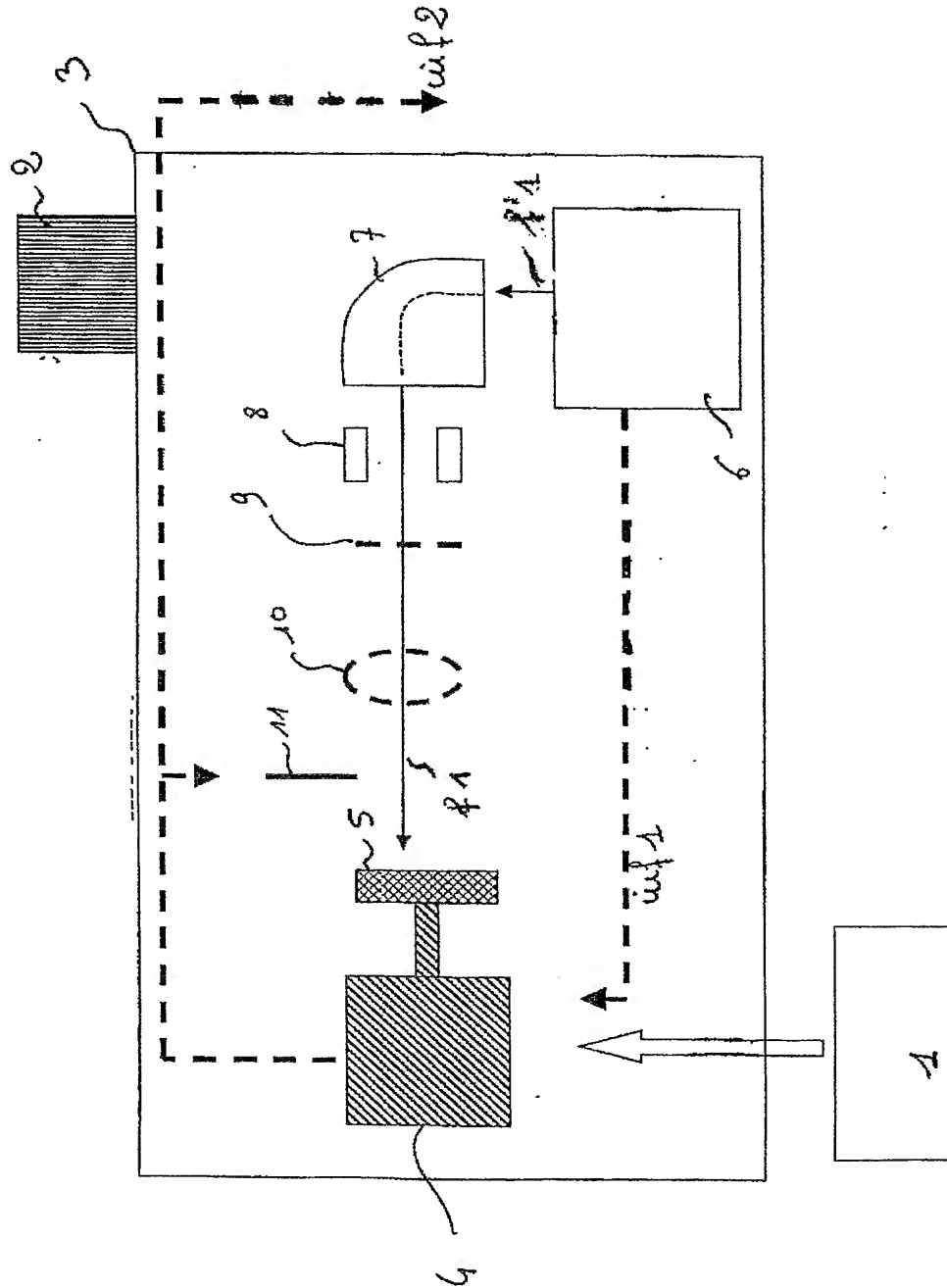


Fig 2

